

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
14. Oktober 2004 (14.10.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 2004/088010 A1**

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: **D01F 2/00**,  
D02J 1/22, 13/00

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2004/001268

(22) Internationales Anmeldedatum:  
11. Februar 2004 (11.02.2004)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:  
103 14 878.7 1. April 2003 (01.04.2003) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von  
US): **ZIMMER AKTIENGESELLSCHAFT** [DE/DE];  
Borsigallee 1, 60388 Frankfurt am Main (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **ZIKELI, Stefan**

[AT/AT]; Schacha 14, A-4850 Timelkam (AT). **WEIDINGER, Klaus** [AT/AT]; Föhrenweg 10, A-4860 Lenzing (AT). **GLASER, Lutz** [DE/DE]; Gebindestrasse 6, 07407 Rudolstadt (DE). **SCHUMANN, Werner** [DE/DE]; Schwarzburger Strasse 10, 07422 Bad Blankenburg (DE).

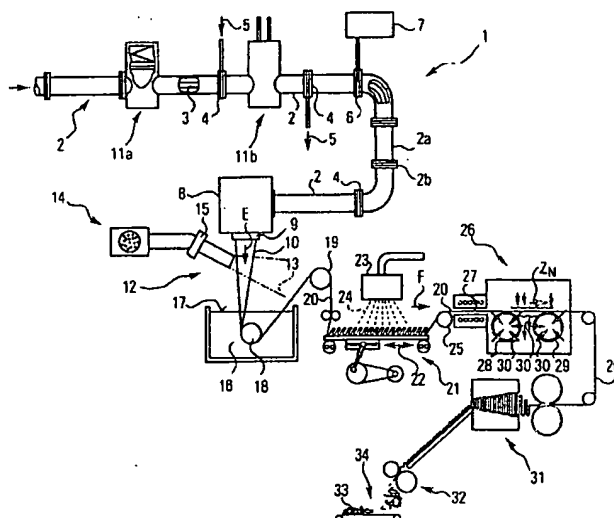
(74) Anwalt: **GRÜNECKER, KINKELDEY, STOCKMAIR & SCHWANHÄUSSER**; Maximilianstrasse 58, 80538 München (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR PRODUCING POST-STRETCHED CELLULOSE SPUN THREADS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR HERSTELLUNG NACHVERSTRECKTER CELLULOSE-SPINNFADEN



(57) Abstract: The invention relates to a method and device for producing Lyocell® fibers from a spinning solution containing water, cellulose and tertiary amine oxide. The spinning solution is extruded to form spun threads (10). The spun threads (10) are stretched and guided through a precipitation bath (16) in order to precipitate the cellulose. It has been surprisingly revealed that the strength of the Lyocell® fibers can be increased when the stretched fibers are subjected to a post-stretching in a post-stretching means. The post-stretched Lyocell® fibers have a wet modulus of at least 260 cN/tex.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2004/088010 A1

BEST AVAILABLE COPY



(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), curasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**Veröffentlicht:**

— mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von Lyocell-Fasern aus einer Spinnlösung enthaltend Wasser, Cellulose und tertiäres Aminoxid. Die Spinnlösung wird zu Spinnfäden (10) extrudiert, die Spinnfäden (10) werden verstreckt und durch ein Fällbad (16) geleitet, um die Cellulose auszufällen. Überraschend hat sich ergeben, dass die Festigkeit der auf diese Weise hergestellten Lyocell-Fasern erhöht werden kann, wenn die verstreckten Fasern in einem Nachverstreckungsmittel nochmals nachverstreckt werden. Die nachverstreckten Lyocell-Fasern weisen einen Nassmodul von wenigstens 260 cN/tex auf.

## **Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung nachverstreckter Cellulose-Spinnfäden**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von Lyocell-Fäden aus einer Spinnlösung enthaltend Wasser, Cellulose und tertiäres Aminoxid sowie die durch dieses Verfahren hergestellten Spinnfäden.

Bei dem Herstellungsverfahren wird die Spinnlösung zunächst zu Spinnfäden extrudiert, dann werden die Spinnfäden verstreckt und durch ein Fällbad geleitet, wonach die Cellulose der Spinnfäden koaguliert.

Das Herstellverfahren von Fasern (im Folgenden werden die Begriffe „Fasern“ und „Fäden“ synonym gebraucht) aus in einem tertiären Aminoxid wie N-Methyl-Morpholin-N-Oxid und Wasser gelöster Cellulose, auch Lyocell-Verfahren genannt, geht auf die Patentschriften US-A-4 142 913, US-A-4 144 080, US-A-4 211 574, US-A-4 246 221, US-A-4 261 943 und US-A-4 416 698 zurück. In diesen auf McCorsley zurückgehenden Patentveröffentlichungen ist das Grundprinzip der Herstellung von Lyocell-Fasern mit den drei Verfahrensschritten Extrudieren der Spinnlösung zu Spinnfäden in einen Luftspalt, Verstrecken der extrudierten Spinnfäden im Luftspalt und Ausfällen der Cellulose in einem Fällbad erstmalig beschrieben.

Nach dem Ausfällen und Koagulieren der Cellulose können die Spinnfäden weiteren Bearbeitungsschritten zugeführt werden. So können die Spinnfäden gewaschen, getrocknet und mit Zusatzstoffen behandelt oder imprägniert werden. Zur Erzeugung von Stapelfasern können die Spinnfäden geschnitten werden.

Der Vorteil des Lyocell-Verfahrens liegt in der guten Umweltverträglichkeit und in den hervorragenden mechanischen Eigenschaften der ersponnenen Fäden bzw. Fasern. Durch verschiedene Weiterentwicklungen des von McCorsley entwickelten Verfahrens konnte die Wirtschaftlichkeit stark verbessert werden.

Die Lyocell-Faser unterscheidet sich hinsichtlich ihres Aufbaus und ihrer textilen Eigenschaften von den übrigen Cellulosefasern und deren Herstellung, wie sie beispielsweise in der DE-A-100 16 307, DE-A-197 53 806, DE-A-197 21 609, DE-A-195 11 151 und DE-A-43 12 219 beschrieben sind.

Ein spezielles Problem des Lyocell-Verfahrens gegenüber den dort beschriebenen Verfahren liegt in der hohen Oberflächenklebrigkeit der frisch extrudierten Spinnfäden: Sobald sich die Spinnfäden im Luftspalt berühren, verkleben sie, was entweder zu einer unbefriedigenden Faserqualität oder gar zu einer Unterbrechung des Spinnverfahrens und einem neuen Anspinnen führt. McCorsley selbst benutzt hierzu, wie in der DE-A-284 41 63 beschrieben ist, die Spinnfäden im Luftspalt über eine Walze mit Fällbadlösung. Diese Anordnung ist jedoch bei hohen Spinnengeschwindigkeiten nicht praktikabel. Eine Reihe von Weiterentwicklungen des McCorsley-Verfahrens beschäftigt sich daher mit Maßnahmen, um die Oberflächenklebrigkeit der Spinnfäden im Luftspalt zu verringern und die Betriebssicherheit, auch Spinnsicherheit genannt, des Herstellverfahrens zu verbessern.

Eine im Stand der Technik bei der Herstellung von Lyocell-Fasern oder -Fäden weit verbreitete Maßnahme besteht darin, die Spinnfäden im Luftspalt mit einem Kühlgas zu beblasen, um die Oberflächen der frisch extrudierten Spinnfäden zu kühlen und deren Klebrigkeit herabzusetzen. Derartige Kühlbeblasungen sind beispielsweise in der WO-A-93 9230, WO-A-94 2818, WO-A-95 01470 und in der WO-A-95 01473 beschrieben. Wie aus diesen Druckschriften hervorgeht, werden je nach Anordnung der Extrusionsöffnungen, durch welche die Spinnlösung extrudiert werden, unterschiedliche Arten und Ausgestaltungen der Beblasung verwendet.

Ein weiteres Problem bei der Herstellung von Lyocell-Fasern stellt die Ausgestaltung des Fällbades dar. Aufgrund der hohen Extrusionsgeschwindigkeiten tauchen die Spinnfäden mit hoher Geschwindigkeit in die Fällbadlösung ein und reißen die Fällbadlösung in ihrer Umgebung mit. Dadurch wird im Fällbad eine Strömung erzeugt, welche die Oberfläche des Fällbades aufwühlt und die Spinnfäden beim Eintauchen in das Fällbad bis hin zu Fadenrissen mechanisch belastet.

Um bei kreisringförmig angeordneten Extrusionsöffnungen die Fällbadoberfläche möglichst ruhig zu halten, werden in der DE-A-100 60 877 und in der DE-A-100 60 879 die Spinnfäden durch speziell ausgestaltete, mit Fällbad gefüllte Spinntrichter geleitet. Bei den Spinntrichtern strömt die Fällbadlösung mit samt den Spinnfäden am unteren Ende heraus. Diese von der Schwerkraft angetriebene Strömung kann, wie in der DE-A-44 09 609 beschrieben ist, zur Verstreckung der Spinnfäden ausgenutzt werden.

Bei auf einer Rechtecksfläche angeordneten Extrusionsöffnungen wurden gemäß der DE-A-100 37 923 gute Ergebnisse erzielt, wenn die Spinnfäden einen im wesentlichen ebenen Vorhang bilden und als ebener Vorhang im Fällbad zur Fällbadoberfläche hin umgelenkt werden. Bei dieser Ausgestaltung ist im Fällbad ein Umlenkkörper angeordnet.

Die Nachverarbeitung von Lyocell-Fäden nach der Extrusion und der Koagulation der Cellulose zur Erzielung bestimmter mechanischer Eigenschaften der Spinnfäden ist in der Patentliteratur weniger gut dokumentiert.

In dem Grundlagenartikel "Was ist neu an den neuen Fasern der Gattung Lyocell?", Lenzinger Berichte 9/94, S. 37-40, wird davon ausgegangen, dass die Faserstruktur und die Fasereigenschaften durch die Molekülausrichtung während der Extrusion und die sich unmittelbar an die Extrusion anschließende Verstreckung bestimmt werden. Hierin unterscheiden sich die Lyocell-Fasern entscheidend von den Fasern, wie sie in der DE-A-197 53 806, DE-A-197 21 609, DE-A-195 11 151, DE-A-100 16 307 und der DE-A-43 12 219 beschrieben sind.

Dieser Gedanke wird in der neuen Patentliteratur aufgegriffen und in die Praxis umgesetzt. So sind in der EP-A-823 945, in der EP-A-853 146 und in der DE-A-100 23 391 Vorrichtungen beschrieben, in denen nach Verstreckung der extrudierten Spinnfäden und nach der Koagulation der Cellulose in den verstreckten Spinnfäden diese bei der Weiterverarbeitung spannungslos gehalten werden. Diesen Entwicklungen liegt die Idee zugrunde, dass sich die mechanischen Eigenschaften der verstreckten und koagulierten Spinnfäden nicht mehr verändern lassen.

Ein nur auf den ersten Blick entgegengesetzter Weg wird alleine in der EP-A-494 851 beschrieben: In dieser Druckschrift ist ein Verfahren beschrieben, bei dem die im wesentlichen spannungslos extrudierte und koagulierte Cellulose verstreckt wird. Wesentlich bei diesem Verfahren ist, dass keine Verstreckung der frisch extrudierten Spinnfäden stattfindet. Durch diese, für die Lyocell-Verarbeitung ungewöhnlichen Methode der EP-A-494 851, die scheinbar auch nicht weiterentwickelt wurde, soll eine nachträgliche Formgebung der Spinnfäden ermöglicht werden. Das Verfahren der EP-A-494 851 ähnelt also einem plastischen Verformungsprozess, wobei das Ausgangsmaterial, die unverstreckten Lyocell-Fäden, eine gummiartige Konsistenz aufweist. Die mechanischen Eigenschaften der gemäß dem Verfahren der EP-A-494 851 hergestellten Fasern werden den heutigen Erfordernissen jedoch nicht gerecht.

In der DE-A-102 23 268 ist beschrieben, dass eine mehrstufige Ausfällung und gleichzeitig eine mehrstufige Verstreckung der Spinnfäden realisiert werden kann, wenn die Benetzungseinrichtung gleichzeitig zum Verstrecken der Spinnfäden eingesetzt wird. Durch diese Maßnahme kann zwar der Bedarf an Behandlungsmedium verringert und die Kontrolle des Ausfallprozesses verbessert werden, allerdings bleiben die textilen Eigenschaften durch diese Art der Nachverstreckung im Wesentlichen unbeeinflusst.

Zur Veränderung der mechanischen Eigenschaften, wie der Schlingenfestigkeit, der Fibrillationsneigung und der Zugfestigkeit von Lyocell-Fasern wird derzeit im Wesentlichen auf das Repertoire zurückgegriffen, wie es in dem Artikel "Strukturbildung von Cellulosefasern aus Aminoxidlösungen", Lenzinger Berichte 9/94, S. 31-35, beschrieben ist. Danach werden die textilphysikalischen Eigenschaften von Lyocell-Fasern durch Veränderungen der Cellulosekonzentration in der Spinnlösung (vgl. WO-A-96 18760), durch Variation der Abzugsbedingungen (vgl. DE-A-42 19 658) und den Einsatz von Zusätzen (vgl. DE-A-44 26 966, DD-A-218 121, WO-A-94 20656) sowie durch Veränderung der Fällbedingungen (vgl. AT-B-395 724) eingestellt. Alle diese Verfahren lassen jedoch nur eine indirekte und in der Prozessführung nur sehr ungenaue Steuerung der mechanischen Eigenschaften der Lyocell-Fäden oder -Fasern zu.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, die bekannten Verfahren und Vorrichtungen zur Herstellung von Lyocell-Fasern dahingehend zu verbessern, dass die mechanischen Eigenschaften, wie die Schlingenfestigkeit und die Zugfestigkeit der Lyocell-Fasern durch einen leicht zu steuernden Prozess gezielt beeinflusst werden können.

Diese Aufgabe wird für das eingangs genannte Herstellverfahren erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass die verstreckten Spinnfäden nachverstreckt und gleichzeitig wärmebehandelt werden.

Für die eingangs genannten Vorrichtung wird diese Aufgabe dadurch gelöst, dass ein zweites Verstreckungsmittel, durch das die vom ersten Verstreckungsmittel verstreckten Spinnfäden im Betrieb nachverstreckbar sind, und eine im Bereich des zweiten Verstreckungsmittel angeordnete Heizvorrichtung vorgesehen ist, durch die im Betrieb die Spinnfäden während der Nachverstreckung aufheizbar sind.

Überraschenderweise lassen sich durch die Nachverstreckung bzw. Dehnung der bereits einmal im Luftspalt verstreckten und danach koagulierten Spinnfäden die mechanischen Eigenschaften, hier insbesondere das Nassmodul, gegenüber den herkömmlichen Lyocell-Fasern erheblich verbessern. Durch die Wärmebehandlung während der Nachverstreckung wird nach ersten Versuchen der Nassmodul etwas abgesenkt und die Faser wird wieder etwas elastischer.

Im Gegensatz zum Verfahren und zur Vorrichtung der DE-A-102 23 268 ermöglicht die während der Nachverstreckung durchgeführte Wärmebehandlung eine entscheidende Verbesserung der textilen Eigenschaften der Lyocell-Fasern.

So lassen sich mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Lyocell-Fasern mit einem Nassmodul von wenigstens 250 cN/tex und einer Nassscheuerzahl pro 25 Fasern von wenigstens 18 erreichen. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren lassen sich sogar Nassmodule von wenigstens 300 cN/tex bzw. 350 cN/tex erreichen. Die Nass-Höchstzugkraftdehnung kann dabei relativ geringe Werte annehmen, beispielsweise höchstens 12 %.

Je höher die vorbestimmte Zugspannung ist, mit der die Spinnfäden nachverstreckt bzw. gedehnt werden, desto höher scheint der Nassmodul der fertigen Fäden und Fasern zu sein. Eine erhebliche Steigerung des Nassmoduls gegenüber herkömmlichen Fasern lässt sich gemäß einer vorteilhaften Verfahrensführung erreichen, wenn die vorbestimmte Zugspannung, mit der die Nachverstreckung durchgeführt wird, mindestens 0,8 cN/tex beträgt. Höhere Werte für den Nassmodul lassen sich erreichen, wenn gemäß einer weiteren Ausgestaltung die vorbestimmte Zugspannung bei der Nachverstreckung mindestens 3,5 cN/tex beträgt.

Generell ergeben sich höhere Werte für den Nassmodul, wenn die Spinnfäden vor der Nachverstreckung koaguliert sind.

Die Wärmebehandlung kann im Nachgang zu einem Wasch- oder Imprägnierverfahren als Trocknungsprozess, also sogenanntes Spannungstrocknen, durchgeführt werden. Alternativ kann die Wärmebehandlung auch in einer Dampf- bzw. Trockendampf Atmosphäre stattfinden. Der Dampf bzw. Trockendampf kann Imprägnierungsmittel enthalten, die auf die Spinnfäden einwirken und zu einer chemischen Nachbehandlung führen.

Vorzugsweise wird die Wärmebehandlung in einem Ofen durchgeführt, in dem die verstreckten und koagulierten Spinnfäden zwischen zwei Galetten mit einer vorbestimmten Zugspannung nachverstreckt werden. Dabei kann ein heißes Inertgas, wie Heißluft, oder Dampf bzw. Trockendampf durch die Oberflächen der Galetten und die darauf liegenden Spinnfäden hindurch geleitet sein.

Nach der Nachverstreckung können die Spinnfäden gecrimpt werden, da die natürliche Kräuselung der Spinnfäden aufgrund der Nachverstreckung wesentlich verringert ist. Dabei ist auch gleichzeitig mit dem Crimpen eine Behandlung mit Trockendampf möglich.

Zur Herstellung von Stapelfaser können die Spinnfäden schließlich geschnitten werden.

Im Folgenden wird die Erfindung anhand einer Ausführungsform und anhand von Versuchsergebnissen und Versuchsbeispielen mit Bezug auf die Zeichnungen genauer erläutert.



Es zeigen:

- Fig. 1 eine schematische Übersicht über eine Anlage zur Herstellung von nachver-  
streckten Lyocell-Fasern;
- Fig. 2 eine Ausführungsform eines Mittels zur Nachverstreckung in einer schemati-  
schen Ansicht;
- Fig. 3 eine weitere Ausführungsform eines Mittels zur Nachverstreckung in einer  
schematischen Ansicht.

Zunächst wird der Grundaufbau einer Anlage 1 zur Herstellung von Lyocell-Fasern an-  
hand der schematischen Darstellung der Fig. 1 beschrieben. Die Anlage 1 der Fig. 1  
dient zur Herstellung von Stapelfasern aus Lyocell.

Über ein Rohrleitungssystem 2 wird eine hochviskose Spinnlösung enthaltend Wasser,  
Cellulose und tertiäres Aminoxid, beispielsweise N-Methyl-Morpholin-N-Oxid, geleitet.  
Das Leitungssystem 2 ist modular aus Fluidleitungsstücken 2a vorbestimmter Länge  
aufgebaut, die über Normflansche 2b miteinander verbunden sind.

Die Fluidleitungsstücke 2a sind mit einer Innentemperierungseinrichtung 3 versehen, die  
anstelle der Kernströmung der Spinnlösung in den Fluidleitungsstücken 2 angebracht ist  
und durch die Temperatur der Spinnlösung im Rohrleitungssystem 2 geregelt wird.

Über zwischen zwei benachbarten Fluidleitungsstücken angeordnete Speisemodule 4  
wird ein temperaturgeregeltes Fluid durch die Innentemperierungseinrichtung geleitet,  
wie durch die Pfeile 5 angedeutet ist. Die Speisemodule 4 weisen im wesentlichen die  
Abmessung der Normflansche auf und sind mit diesen verbindbar ausgestaltet.  
In vorbestimmten Abständen ersetzen ebenfalls durch zwischen den Fluidleitungsstü-  
cken 2a angeordnete Berstmodule 6 die Speisemodule 4. Die Berstmodule 6 weisen im  
wesentlichen dieselbe Ausgestaltung wie die Speisemodule 4 auf. Sie sind mit in der  
Fig. 1 nicht gezeigten Berstkörpern versehen, die bei Überschreiten eines vorbestimm-  
ten Druckes im Rohrleitungssystem 2, im Berstfall, brechen und eine Druckableitung  
nach außen ermöglichen. Der Berstfall kann insbesondere bei einer spontanen exo-

thermen Reaktion der Spinnlösung aufgrund von Überalterung oder Überhitzung auftreten. Die im Berstfall nach außen tretende Spinnlösung wird in Auffangbehältern 7 aufgefangen, von wo sie recycelt oder entsorgt werden kann.

Durch das Rohrleitungssystem 2 wird die Spinnlösung bis zu einem Spinnkopf 8 geführt. Der Spinnkopf 8 ist mit einer Spinndüse 9 versehen, die eine große Anzahl von (nicht gezeigten) Extrusionsöffnungen, üblicherweise mehrere tausend Extrusionsöffnungen, aufweist. Durch die Extrusionsöffnungen wird die Spinnlösung zu Spinnfäden 10 extrudiert. Die Anordnung der Extrusionsöffnungen in der Spinndüse 9 kann kreisförmig, kreisringförmig oder rechteckig sein; im Folgenden wird lediglich beispielhaft auf eine rechteckige Anordnung Bezug genommen.

Damit an den Extrusionsöffnungen optimale Spinnbedingungen herrschen, können neben der Temperierungseinrichtung 3 im Rohrleitungssystem 2 weitere Einbauten vorgesehen sein, die, ebenfalls über die Normflansche, einfach mit den Fluidleitungsstücken 2a oder mit den Speisemodulen 4 oder Berstmodulen 6 verbunden werden können. So kann im Rohrleitungssystem 2 ein Druckausgleichsbehälter 11a angeordnet sein, der Druckschwankungen und Volumenstromschwankungen der Spinnlösung in der Rohrleitung 2 über eine Änderung seines Innenvolumens ausgleicht und an den Extrusionsöffnungen des Spinnkopfes 8 einen gleichmäßigen Extrusionsdruck sicherstellt.

Ferner kann im Rohrleitungssystem 2 eine mechanische Filtereinrichtung 11b mit einem rückspülbaren Filterelement (nicht gezeigt) vorgesehen sein. Das Filterelement weist eine Feinheit zwischen 5 µm und 25 µm auf. Durch die Filtereinrichtung 11b findet während des Transports der Spinnlösung eine kontinuierliche oder - unter Verwendung abwechselnd betriebener Zwischenspeicher (nicht gezeigt) - eine diskontinuierliche Filterung der Spinnlösung statt.

Die Extrusionsöffnungen grenzen an einen Luftspalt 12, den die frisch extrudierten Spinnfäden 10 durchqueren und in dem die Spinnfäden durch eine Zugspannung versteckt werden. In dem Luftspalt 12 ist ein Kühlgasstrom 13 auf die Spinnfäden 10 gerichtet, der von einer Beblasungseinrichtung 14 erzeugt wird. Temperatur, Feuchte und Zusammensetzung des Kühlgasstromes 13 können durch eine Klimatisierungseinrichtung 15 auf vorbestimmte oder variabel vorgebbare Werte geregelt werden.

Der Kühlgasstrom 13 wirkt in einem Abstand von der Spinndüse 9 auf die Spinnfäden 10 ein und weist eine Geschwindigkeitskomponente in Extrusionsrichtung E auf, so dass die Spinnfäden durch den Kühlgasstrom 13 mitverstreckt werden. Um einen guten Wärmetransport zu ermöglichen, ist der Kühlgasstrom 13 turbulent.

Nach Durchquerung des Luftspaltes 12 treten die Spinnfäden 10 in ein Fällbad 16 ein. Um eine Beunruhigung der Oberfläche des Fällbades 16 zu vermeiden, ist der Kühlgasstrom 13 ausreichend von der Oberfläche 17 des Fällbades beabstandet, so dass er nicht auf der Oberfläche auftrifft.

Im Fällbad 16 werden die Spinnfäden 10 durch ein im Wesentlichen walzenförmiges Umlenkorgan 18 zu einem Bündelungsorgan 19 oberhalb des Fällbades umgelenkt, so dass sie wieder durch die Fällbadoberfläche 17 treten. Das Umlenkorgan kann starr bzw. feststehend ausgebildet sein, oder sich mit den Fäden mitdrehen. Das Bündelungsorgan 19 ist drehbar angetrieben und übt als erstes Verstreckungsmittel über das Umlenkorgan 18 eine bis zu den Extrusionsöffnungen der Spinndüse 9 rückwirkende Zugspannung auf die Spinnfäden 10 aus, welche die Spinnfäden 10 verstreckt. Natürlich kann als Verstreckungsmittel auch das Umlenkorgan 18 angetrieben sein.

Um die Spinnfäden 10 möglichst schonend zu verstrecken, kann die Zugspannung auch lediglich durch den Kühlgasstrom 13 als erstem Verstreckungsmittel erzeugt werden. Dies hat den Vorteil, dass die Zugspannung durch eine verteilt auf die Oberfläche der Spinnfäden wirkende Reibspannung in die Spinnfäden 10 eingeleitet wird.

Vom Bündelungsorgan 19 werden die Spinnfäden 10 zu einem Fadenbündel 20 zusammengefasst. Anschließend werden die noch immer mit der Fällbadlösung 16 benetzten, zum Fadenbündel 20 zusammengefassten Spinnfäden 10 spannungslos auf einer Fördereinrichtung 21 abgelegt und auf dieser weitgehend zugspannungsfrei transportiert. Während des Transports der Spinnfäden auf der Fördereinrichtung 21 kann die vollständige oder nahezu vollständige Koagulation der Cellulose der Spinnfäden unter möglichst geringem Spannungseinfluss stattfinden.

Die Fördereinrichtung 21 kann, wie in Fig. 1 gezeigt ist, als ein Vibrationsförderer ausgestaltet sein, der das Fadenbündel 20, oder gegebenenfalls mehrere Fadenbündel 20 gleichzeitig, durch Schwingungen in Förderrichtung F transportiert. Die Schwingungen der Fördereinrichtung 21 sind durch den Doppelpfeil 22 angedeutet. Durch die hin und her gehende Bewegung 21 wird das Spinnfadenbündel 20 geordnet auf der Fördereinrichtung abgelegt. Anstelle des Vibrationsförderers 22 können auch andere Fördereinrichtungen wie mehrere hintereinander angeordnete Galetten mit nahezu gleicher oder in Förderrichtung abnehmender Umfangsgeschwindigkeit eingesetzt werden.

Während des Transports auf der Fördereinrichtung 21 können verschiedene Behandlungen des Fadenbündels 20 erfolgen, beispielsweise kann das Fadenbündel 20 einmal oder mehrmals gewaschen, getrocknet und aviviert werden, beispielsweise durch eine Berieselungsanlage 23 aus der ein Behandlungsmedium 24 auf das Fadenbündel 20 gesprüht wird.

Das Fadenbündel 20 wird durch eine Galette 25 von der Fördereinrichtung 21 aufgenommen und einem zweiten Nachverstreckungsmittel 26 zugeführt, durch das die durchkoagulierten Spinnfäden 10 nachverstreckt werden.

Beim Ausführungsbeispiel der Fig. 1 findet die Nachverstreckung während einer gleichzeitigen Wärmebehandlung bzw. Trocknung in Form eines Spannungstrocknens statt, da hierdurch die mechanischen Eigenschaften der Spinnfäden 10 am günstigsten beeinflusst werden. Geringfügig schlechtere Eigenschaften, die sich jedoch immer noch gegenüber dem Stand der Technik auszeichnen, werden erreicht, wenn man auf die Wärmebehandlung während des Nachverstreckens verzichtet.

Das zweite Nachverstreckungsmittel 26 kann auch unmittelbar im Anschluss an das Bündelungsmittel 19 vorgesehen sein, also zwischen der Fördereinrichtung 21 und dem Fällbad 16, so dass erst die nachverstreckten Spinnfäden weiteren Behandlungsschritten unterworfen werden.

Zur Durchführung der Wärmebehandlung kann das Nachverstreckungsmittel 26 im Eintrittsbereich des Spinnfadens 20 eine Heizvorrichtung 27 aufweisen, welche das Spinnfadenbündel 20 auf eine vorbestimmte Temperatur bringt und gleichzeitig das Spinnfadenbündel 20 zumindest oberflächlich trocknet.

Im Nachverstreckungsmittel 26 werden die Spinnfäden über zwei Galetten 28, 29 geführt, die so angetrieben sind, dass das Spinnfadenbündel 20 zwischen ihnen mit einer vorbestimmten Nachverstreckungs-Zugspannung  $Z_N$  beaufschlagt ist. Das mit dieser Zugspannung beaufschlagte Spinnfadenbündel wird auf einer vorbestimmten hohen Temperatur gehalten und kann während der Nachverstreckung insbesondere durch ein heißes Inertgas, wie Luft, oder auch durch Dampf, beispielsweise Trockendampf, und mit Quellmitteln oder anderen Mitteln zur chemischen Faserbehandlung imprägniert werden, wie durch die Pfeile 30 angedeutet ist. Um die Trocknungswirkung zu unterstützen, können die Galetten 28, 29 auch beheizt sein.

Das Spinnfadenbündel 20 weist aufgrund der Nachverstreckung eine gegenüber herkömmlichen Fasern verringerte Kräuselung auf, so dass es über eine Stuffer Box 31 gecrimpt wird. Anschließend wird das Faserbündel 20 durch eine Schneidvorrichtung 32 geschnitten. Falls eine Endlosfaser erzeugt werden soll, kann natürlich auf das Crimpen und/oder Schneiden verzichtet werden.

Nach dem Crimpen und Schneiden können die gecrimpten Stapelfasern in Wirrlage in Form eines gecrimpten Endloskabels 33 auf einer Fördereinrichtung 34 zu weiteren Verfahrensschritten transportiert werden.

In Fig. 2 ist eine Ausführungsform eines Nachverstreckungsmittels 26 schematisch gezeigt. Bei dieser Ausführungsform findet eine Nachverstreckung in Form eines Spannungstrocknens statt.

Wie bereits bei Fig. 1 beschrieben wurde, weist das Nachverstreckungsmittel 26 zwei Galetten 28, 29 auf, die so angetrieben werden, dass das Fadenbündel 20 zwischen ihnen mit einer vorbestimmten Zugspannung  $Z_N$  von mindestens 0,8 cN/tex, vorzugsweise von mindestens 3,5 cN/tex gespannt bzw. gedehnt wird. Hierzu kann beispielsweise die in Förderrichtung F nachfolgende Galette 29 mit einer vorbestimmten, höheren Ge-

schwindigkeit gedreht werden als die in Förderrichtung F davor liegende Galette 28; wobei zwischen der Galette 29 und dem um die Galette geschlungenen Fadenbündel 20 ein Schlupf herrschen kann, der im Wesentlichen die Zugspannung  $Z_N$  bestimmt.

Zur Verstreckung des Fadenbündels 20 kann auch dessen Schrumpfung während des Trocknens ausgenutzt werden: Da sich das Fadenbündel während des Trocknungsprozesses verkürzt, findet eine Dehnung bzw. Nachverstreckung auch bereits dann statt, wenn diese Verkürzung nicht durch die Drehgeschwindigkeiten der Galetten 28, 29 ausgeglichen wird. Auf diese Weise kann eine Nachverstreckung auch erfolgen, wenn sich die Galetten 28, 29 mit im Wesentlichen gleicher oder nur geringfügig unterschiedlicher Geschwindigkeit drehen.

Eine oder beide Galetten 28, 29 können mit einer wenigstens gasdurchlässigen Oberfläche 30 versehen sein, durch die hindurch ein heißes Inertgas, Dampf oder Trockendampf aus dem Innenraum der Galette 28, 29 durch das um die Galette 28, 29 geschlungene Spinnfadenbündel 20 gedrückt wird.

Alternativ oder zusätzlich zu einer Umschlingung, wie sie in der Fig. 2 dargestellt ist, kann auch jeder Galette 28, 29 eine ebenfalls dampfdurchlässige, aktiv oder passiv mitdrehende Walze 28a, 29a in Gegenüberlage zugeordnet sein, wie schematisch in Fig. 3 dargestellt ist. Die Walzen 28a, 29a weisen ebenfalls durchlässige Oberflächen auf, durch die das Inertgas oder der Dampf abgesaugt wird. Anstelle von Walzen können auch große Trommeln vorgesehen sein.

Anstelle der Galetten 28, 29 können auch größere Trommeln oder Saugtrommeln mit perforierter Oberfläche verwendet werden, durch die das Heißgas abgesaugt wird.

Im Bereich zwischen den Galetten 28, 29 wird ebenfalls Heißluft oder ein anderes intertes Heißgas, Dampf bzw. Trockendampf durch Gas oder die Fadenbündel 20 geleitet. Die Wirksamkeit der Nachverstreckung wurde in einer Reihe von Versuchen nachgewiesen.

Die Versuche wurden an einem Fadenbündel aus 79.270 Einzelfäden und einem Gesamttiter von 110.978 dtex, entsprechend einem Einzeltiter von 1,4 dtex durchgeführt. Tabelle I gibt einen Überblick über die Versuchsergebnisse.

In einer ersten Versuchsreihe (Versuche 1 bis 7) wurde das Fadenbündel bei 73° C während 15 min unter verschiedenen Bedingungen getrocknet.

In Versuch 1 wurde das Fadenbündel ohne Spannung getrocknet.

In Versuch 2 wurde das Fadenbündel ohne Spannung getrocknet, wiederbefeuchtet und unter Spannung getrocknet. Dazu wurde das Fadenbündel durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und war während des Trocknens an beiden Seiten mit jeweils 19 kg beschwert.

In Versuch 3 wurde das Fadenbündel ohne Spannung getrocknet, wiederbefeuchtet und unter Spannung getrocknet. Dazu wurde das Fadenbündel durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils 38 kg beschwert.

In Versuch 4 wurde das Fadenbündel zwischen zwei Klemmen im Abstand von 38 cm gespannt und anschließend getrocknet.

In Versuch 5 wurde das Fadenbündel feucht unter Spannung getrocknet. Das Fadenbündel wurde durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils einem Gewicht von 9 kg beschwert.

In Versuch 6 wurde das Fadenbündel feucht unter Spannung getrocknet. Das Fadenbündel wurde durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils einem Gewicht von 19 kg beschwert.

In Versuch 7 wurde das Fadenbündel feucht unter Spannung getrocknet. Das Fadenbündel wurde durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils einem Gewicht von 38 kg beschwert.

In einer zweiten Versuchsreihe wurde das Fadenbündel vor der Trocknung einer Behandlung mit Natronlauge (NaOH) unterzogen: Zunächst wurde das Spinnfadenbündel mit 5 %-iger NaOH-Lösung 5 min behandelt und anschließend mit vollentionisiertem Wasser gewaschen. Die NaOH-Lösung wurde mit 1 %-iger Ameisensäure neutralisiert und wiederum mit vollentionisiertem Wasser gewaschen.

Das Spinnfadenbündel wurde dann im Trockner bei 73°C über 30 min getrocknet.

In Versuch 8 wurde das Fadenbündel ohne Spannung getrocknet.

In Versuch 9 wurde das Fadenbündel ohne Spannung getrocknet, wiederbefeuchtet und unter Spannung getrocknet. Dazu wurde das Fadenbündel durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils 19 kg beschwert.

In Versuch 10 wurde das Fadenbündel ohne Spannung getrocknet, wiederbefeuchtet und unter Spannung getrocknet. Dazu wurde das Fadenbündel durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils 38 kg beschwert.

In Versuch 11 wurde das Fadenbündel zwischen zwei Klemmen im Abstand von 38 cm gespannt und anschließend getrocknet.

In Versuch 12 wurde das Fadenbündel feucht unter Spannung getrocknet. Das Fadenbündel wurde durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils einem Gewicht von 9 kg beschwert.

In Versuch 13 wurde das Fadenbündel feucht unter Spannung getrocknet. Das Fadenbündel wurde durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils einem Gewicht von 19 kg beschwert.

In Versuch 14 wurde das Fadenbündel feucht unter Spannung getrocknet. Das Fadenbündel wurde durch zwei Ösen im Abstand von 50 cm geführt und an beiden Seiten mit jeweils einem Gewicht von 38 kg beschwert.



Bei den getrockneten Fadenbündeln wurden dann der Titer, die feinheitsbezogene Höchstzugkraft, die Höchstzugkraftdehnung, feinheitsbezogene Nass-Höchstzugkraft, die Nass-Höchstzugkraftdehnung, die feinheitsbezogene Schlingenhöchstzugkraft, der Nassmodul und die Nassscheuerzahl bestimmt. Dabei wurden nach folgenden Prüfvorschriften vorgegangen.

Der Titer wurde gemäß der DIN EN ISO 1973 bestimmt. Die (Nass-)Höchstzugkraft und die (Nass-)Höchstzugkraftdehnung wurden gemäß der DIN EN ISO 5079 bestimmt. Die Schlingenhöchstzugkraft wurde gemäß DIN 53843 Teil2 bestimmt.

Der Nassmodul wurde an einem Faserbündel bestimmt, das gemäß DIN EN 1973 verwendbar ist. Die Vorgehensweise richtet sich nach der Prüfvorschrift ASG N 211 der Alceru Schwarza GmbH. Die Versuche zur Bestimmung des Nassmoduls wurden an einer Zugprüfmaschine mit konstanter Dehnungsgeschwindigkeit und wegarmierter elektronischer Kraftmessung durchgeführt. Die Einspannlänge des Fadenbündels betrug  $10,0 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ . Die feinheitsbezogene Vorspannkraft betrug bei einem Titer von über 2,4 dtex  $2,5 \text{ mN/tex} \pm 0,5 \text{ mN/tex}$ . Bei einem Titer bis 2,4 dtex wurde ein Vorspannmassstück von 50 mg verwendet. Die Dehnungsgeschwindigkeiten betrugen 2,5 mm/min bei einer mittleren Nass-Reißdehnung bis 10 %, 5,0 mm/min bei einer mittleren Nass-Reißdehnung von über 10 bis 20 % und 7,5 mm/min bei einer mittleren Nass-Reißdehnung von über 20 %.

Fünf Spinnfadenbündel wurden mindestens 10 sec in eine flache Schale mit Netzmittellösung eingelegt, wobei vorher das Vorspannmassstück an ein Ende eines jeden Spinnfadenbündels angeklemt ist. Der jeweils am längsten eingelegte Prüfling wird aus der Schale entnommen und zum Zugversuch benutzt, nach jedem Versuch ist auch ein neuer Prüfling zum Netzen einzulegen.

Das einzuspannende Spinnfadenbündel wird mit seinem dem Vorspannmassstück gegenüberliegenden Ende in die Zugprüfmaschine eingespannt, während die Vorspannung wirkt, anschließend wird die untere Einspannklemme geschlossen und das Tauchgefäß mit der Netzmittellösung wird so angehoben, dass der Flüssigkeitsspiegel soweit wie möglich an die obere Einspannklemme heranreicht, ohne sie jedoch zu berühren. Der Abstand zwischen den Einspannklemmen ist mit der oben angegebenen Deh-

nungsgeschwindigkeit stetig zu vergrößern, bis eine Dehnung von 5 % erreicht ist. In diesem Moment ist die Bewegung der unteren Klemme zu stoppen und die Nass-Zugkraft in mN bis auf eine Dezimale zu bestimmen.

Der Nassmodul  $M$  wird aus dem arithmetischen Mittelwert der Nass-Zugkraft  $F$  in Millinewton und der mittleren Feinheit  $T$  in tex der geprüften Spinnfasern berechnet und in Millinewton pro tex auf ganze Zahlen gerundet angegeben:  $M = F/(T \cdot 0,05)$ .

Die Nassscheueranzahl wurde mit einem Fasernassscheuerprüfgerät FNP der Firma SMK Präzisionsmechanik Gera GmbH bestimmt. Die Nassscheueranzahl ist die Anzahl der Umdrehungen der Scheuerwelle bis zum Bruch der unter definierter Vorspannung im Nassscheuerprüfgerät eingespannt Faser. Das Vorspanngewicht beträgt bei einem Titer zwischen 1,2 bis 1,8 dtex 70 mg. Die Drehzahl der Scheuerwelle betrug 400 U/min, der Umschlingungswinkel 45°. Die Scheuerwelle ist mit einem Gewebeschlauch versehen.

Aus den Versuchen gemäß Tabelle 1 ergibt sich eine überraschende Steigerung des Nassmoduls sowie der Nassscheueranzahl der nachverstreckten Fasern gegenüber den herkömmlichen, nicht nachverstreckten Fasern (Versuch 1). Bei spannungsfrei getrockneten Fadenbündeln, die anschließend wieder befeuchtet und unter Spannung getrocknet werden (Versuche 2, 3 und 9, 10) wird bei der Belastung mit 38 kg (entspricht 3,12 cN/tex) gegenüber der Belastung mit 19 kg (entspricht 1,6 cN/tex) eine Steigerung des Nassmoduls bei einem leichten Abfall der Nassscheuerzahl erreicht. Es lassen sich bei der starken Belastung höhere Nassmodule erreichen als bei den feucht unter Spannung getrockneten Fadenbündeln der Versuche 5 bis 7 und 12 bis 14.

Die Höchstzugkraft, sowohl nass als auch trocken gemessen, ist gegenüber den nicht nachverstreckten Fasern nach Versuch 1 im Wesentlichen unverändert. Die verringerte Höchstzugkraftdehnung und die verringerte Schlingenhöchstzugkraft lassen in Verbindung mit dem Nassmodul und der Nassscheuerzahl darauf schließen, dass die nachverstreckten Fasern spröder und duktiler als die nicht nachverstreckten Fasern sind.

Folglich belegen die Versuche, dass durch das Nachverstrecken bzw. das Spannungstrocknen Fasern mit einer verbesserten Nassmodul und einer verbesserten Nassscheuerzahl erzeugt werden können.

Tabelle I

	Filter d <sub>tex</sub>	Feinheitbez. Höchstzugkraft cN/tex	Höchstzug- kraftdehnung %	Feinheitbez. Nass- Höchstzugkraft cN/tex	Nass-Höchstzug- kraftdehnung %	Feinheitbez. Schlin- genhöchstzugkraft cN/tex	Nassmodul cN/tex	Nassscheuerzahl/25 Faern
Versuch 1	1,378	42,1	11,5	33,4	12,2	11,8	244	22
Versuch 2	1,450	43,2	9,7	32,9	11,2	7,3	272	48
Versuch 3	1,379	46,2	8,7	38,8	11,7	5,5	366	42
Versuch 4	1,420	43,6	10,5	29,3	11,8	11,9	308	34
Versuch 5	1,538	42,3	10,1	32,5	11,6	9,3	260	56
Versuch 6	1,423	42,3	10,0	32,5	12,4	7,7	288	38
Versuch 7	1,434	42,2	10,8	31,7	11,7	7,5	286	31
Versuch 8	1,390	39,4	10,6	31,8	12,4	9,6	258	23
Versuch 9	1,415	41,3	9,5	30,5	10,6	4,5	308	48
Versuch 10	1,436	40,4	8,6	33,4	11,2	5,0	346	35
Versuch 11	1,441	42,3	10,4	31,0	12,9	11,9	278	47
Versuch 12	1,369	42,6	9,7	27,8	11,0	8,8	294	39
Versuch 13	1,425	41,2	8,5	33,4	10,7	6,7	356	38
Versuch 14	1,381	42,1	9,3	28,0	9,5	5,6	334	40

### **Ansprüche**

1. Verfahren zum Herstellen von Lyocell-Fasern aus einer Spinnlösung enthaltend Wasser, Cellulose und tertiäres Aminoxid, wobei die folgenden Verfahrensschritte ausgeführt werden:
  - Extrudieren der Spinnlösung zu Spinnfäden (10),
  - Verstrecken der Spinnfäden (10),
  - Durchleiten der Spinnfäden durch ein Fällbad (16),

**gekennzeichnet durch folgenden Verfahrensschritt:**

  - Nachverstrecken und gleichzeitiges Wärmebehandeln der verstreckten Spinnfäden (10) nach dem Durchleiten durch das Fällbad (16).
2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:
  - Koagulieren der Cellulose der Spinnfäden (10) vor dem Verstrecken.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **gekennzeichnet durch** folgende Verfahrensschritte:
  - Nachverstrecken bei einer Zugspannung von mindestens 0,8 cN/tex.
4. Verfahren nach Anspruch 3, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:
  - Nachverstrecken bei einer Zugspannung von mindestens 3,5 cN/tex.
5. Verfahren nach einem der oben genannten Ansprüche, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:

- Behandeln der Spinnfäden während der Wärmebehandlung mit heißem Inertgas.
6. Verfahren nach einem der oben genannten Ansprüche, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:
- Behandeln der Spinnfäden während der Wärmebehandlung mit Dampf.
7. Verfahren nach einem der oben genannten Ansprüche, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:
- Durchleiten der Spinnfäden (10) vor dem Fällbad (16) durch einen Luftspalt (12).
8. Verfahren nach Anspruch 7, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:
- Beblasen der Spinnfäden (10) in Luftspalt (12) mit einem Kühlgasstrom (13).
9. Verfahren nach einem der oben genannten Ansprüche, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:
- zugspannungsfreies Fördern der Spinnfäden zwischen der Verstreckung und der Nachverstreckung.
10. Verfahren nach einem der oben genannten Ansprüche, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:
- Crimpen der nachverstreckten Spinnfäden (10).
11. Verfahren nach einem der oben genannten Ansprüche, **gekennzeichnet durch** folgenden Verfahrensschritt:
- Schneiden der nachverstreckten Spinnfäden zu Stapelfaser.

12. Vorrichtung (1) zur Herstellung von Spinnfäden (10) aus einer Spinnlösung enthaltend Cellulose, Wasser und tertiäres Aminoxid, mit einer Spinndüse (9), durch welche die Spinnlösung im Betrieb zu Spinnfäden (10) extrudierbar ist, mit einem Fällbad (16) mit einem Cellulose ausfällendem Fällmittel, durch das die Spinnfäden (10) im Betrieb geleitet sind, mit einem ersten Verstreckungsmittel (13, 18, 19), durch das die Spinnfäden im Betrieb verstreckbar sind, und mit einem zweiten Verstreckungsmittel (28, 29), durch das die vom ersten Verstreckungsmittel (13, 18, 19) verstreckten Spinnfäden (10) im Betrieb nachverstreckbar sind, **gekennzeichnet durch** eine im Bereich des zweiten Verstreckungsmittel (28, 29) angeordnete Heizvorrichtung (27, 30), durch die im Betrieb die Spinnfäden (10) während der Nachverstreckung aufheizbar sind.
13. Lyocell-Faser, insbesondere hergestellt nach dem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 11, **gekennzeichnet durch** ein Nassmodul von wenigstens 250 cN/tex und durch eine Nassscheuerzahl pro 25 Fasern von wenigstens 18.
14. Lyocell-Faser nach Anspruch 13, **gekennzeichnet durch** ein Nassmodul von wenigstens 300 cN/tex.
15. Lyocell-Faser nach Anspruch 14, **gekennzeichnet durch** ein Nassmodul von wenigstens 350 cN/tex.
16. Cellulosefasern nach einem der Ansprüche 13 bis 15, **gekennzeichnet durch** eine Nasszugkraftdehnung von höchstens 12 %.
17. Cellulosefasern nach einem der Ansprüche 13 bis 16, **gekennzeichnet durch** eine Nassscheuerzahl pro 25 Fasern von wenigstens 25.

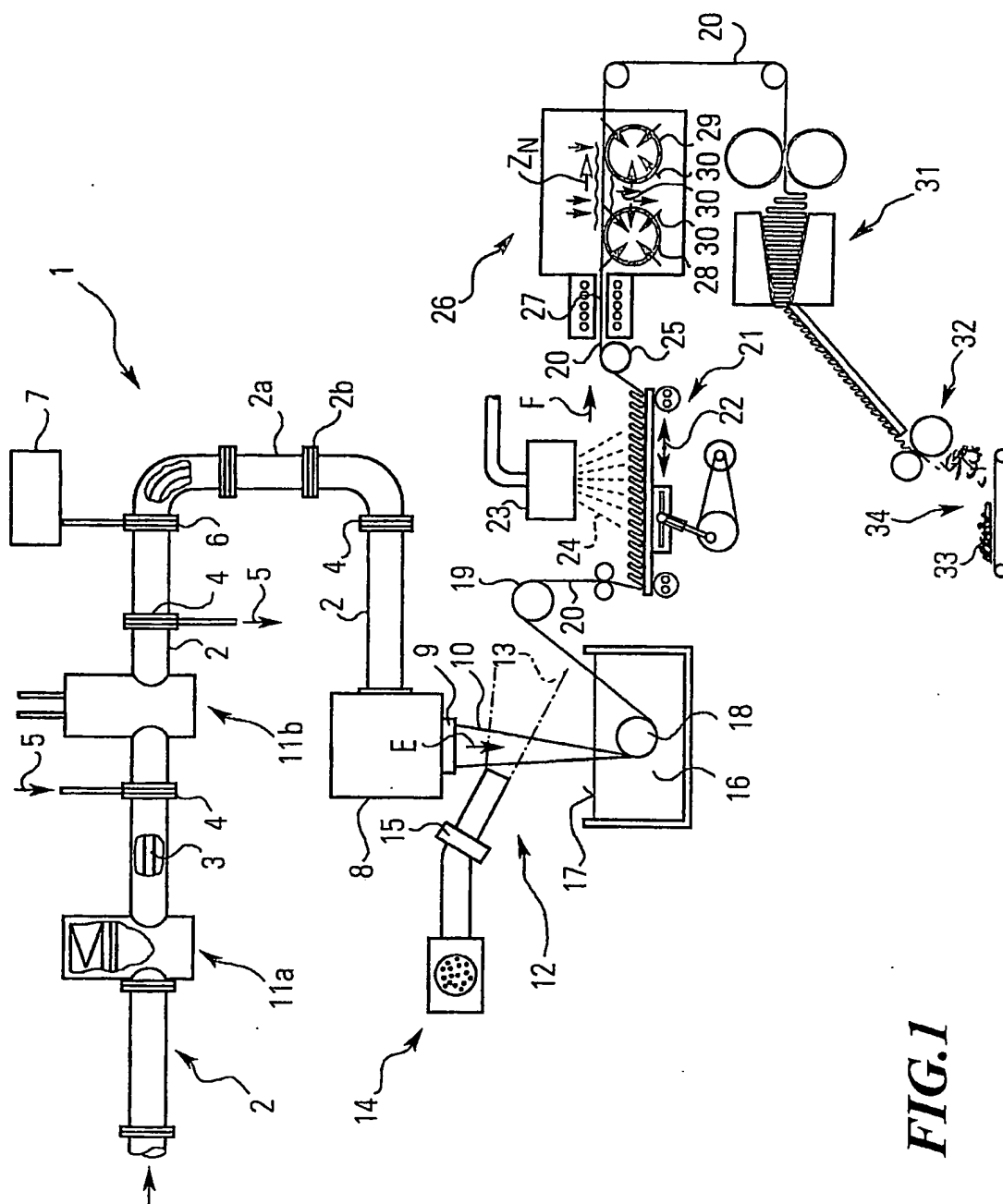
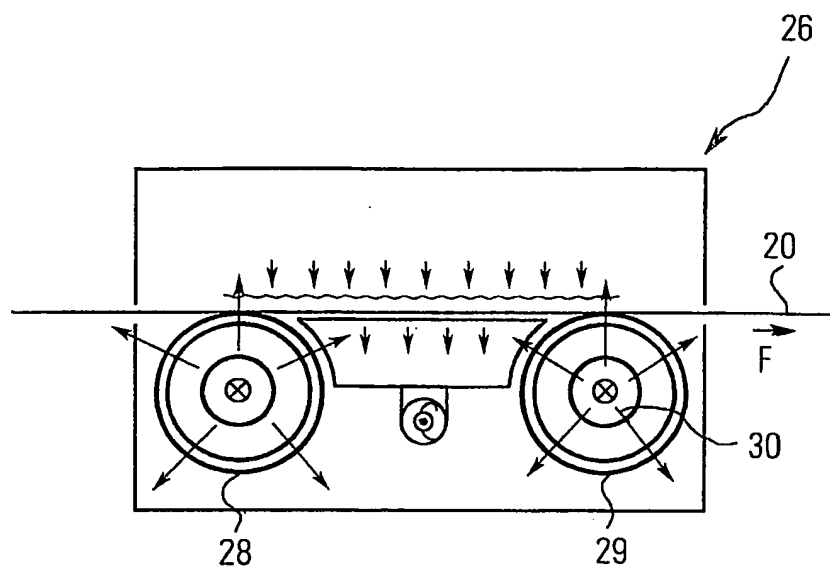


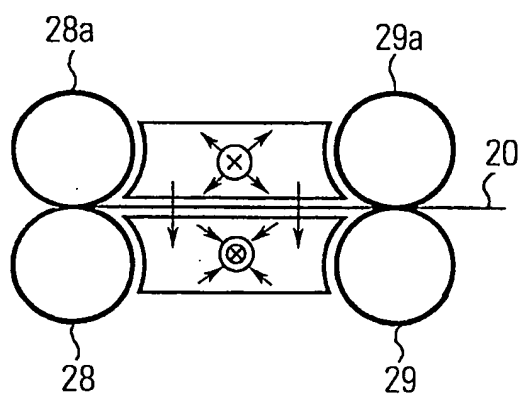
FIG. 1



2/2



**FIG. 2**



**FIG. 3**

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/EP2004/001268

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
IPC 7 D01F2/00 D02J1/22 D02J13/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 D01F D02J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 01/74906 A (EILERS MARKUS ; RIEDEL BERND (DE); TAEGER EBERHARD (DE); THUERINGISCHE) 11 October 2001 (2001-10-11) example 1	13
X	WO 01/58960 A (EILERS MARKUS ; KRAMER HORST (DE); RIEDEL BERND (DE); TAEGER EBERHARD) 16 August 2001 (2001-08-16) example 1  ----- -/-	13

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents :

\*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

\*E\* earlier document but published on or after the international filing date

\*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

\*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

\*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

\*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

\*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

\*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

\*G\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

1 June 2004

Date of mailing of the international search report

17/06/2004

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Fiocco, M

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/EP2004/001268

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 199119 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A14, AN 1991-138098 XP002282810 & JP 03 076822 A (TORAY IND INC) 2 April 1991 (1991-04-02) abstract	12
A	----- EP 0 494 851 A (CHEMIEFASER LENZING AG) 15 July 1992 (1992-07-15) cited in the application examples -----	1-17

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP2004/001268

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 0174906	A	11-10-2001	DE 10016307 A1	18-10-2001
			AU 6202301 A	15-10-2001
			CN 1422282 T	04-06-2003
			WO 0174906 A1	11-10-2001
WO 0158960	A	16-08-2001	DE 10005163 A1	16-08-2001
			AU 3915701 A	20-08-2001
			WO 0158960 A1	16-08-2001
JP 3076822	A	02-04-1991	NONE	
EP 0494851	A	15-07-1992	AT 395862 B	25-03-1993
			AT 3191 A	15-08-1992
			AU 648618 B2	28-04-1994
			AU 8979891 A	16-07-1992
			BG 60110 A3	15-10-1993
			BR 9200035 A	08-09-1992
			CA 2059042 A1	10-07-1992
			CS 9200045 A3	12-08-1992
			DE 59208903 D1	23-10-1997
			EP 0494851 A2	15-07-1992
			ES 2109333 T3	16-01-1998
			FI 920071 A	10-07-1992
			GR 3025632 T3	31-03-1998
			HU 64111 A2	29-11-1993
			IE 920053 A1	15-07-1992
			JP 3072442 B2	31-07-2000
			JP 4308219 A	30-10-1992
			KR 210294 B1	15-07-1999
			MA 22373 A1	01-07-1992
			MX 9200098 A1	31-07-1992
			NO 920105 A	10-07-1992
			PL 293116 A1	02-11-1992
			PT 99990 A	28-02-1994
			RO 107703 B1	30-12-1993
			SI 9111976 A	31-12-1994
			SK 280035 B6	12-07-1999
			RU 2061115 C1	27-05-1996
			TR 25874 A	01-09-1993
			ZA 9110159 A	30-09-1992
			ZW 192 A1	01-04-1992

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP2004/001268

A. KLASSTIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES  
IPK 7 D01F2/00 D02J1/22 D02J13/00

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)  
IPK 7 D01F D02J

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Beitr. Anspruch Nr.
X	WO 01/74906 A (EILERS MARKUS ; RIEDEL BERND (DE); TAEGER EBERHARD (DE); THUERINGISCHE) 11. Oktober 2001 (2001-10-11) Beispiel 1	13
X	WO 01/58960 A (EILERS MARKUS ; KRAMER HORST (DE); RIEDEL BERND (DE); TAEGER EBERHARD) 16. August 2001 (2001-08-16) Beispiel 1 ----- -/--	13

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

\*A\* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

\*E\* Älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

\*L\* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

\*O\* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

\*P\* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

\*T\* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

\*X\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

\*Y\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

\*G\* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

1. Juni 2004

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

17/06/2004

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde  
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Beauftragter

F10cco, M

## C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Beitr. Anspruch Nr.
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 199119 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A14, AN 1991-138098 XP002282810 & JP 03 076822 A (TORAY IND INC) 2. April 1991 (1991-04-02) Zusammenfassung -----	12
A	EP 0 494 851 A (CHEMIEFASER LENZING AG) 15. Juli 1992 (1992-07-15) in der Anmeldung erwähnt Beispiele -----	1-17

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

nationales Aktenzeichen

PCT/EP2004/001268

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 0174906	A	11-10-2001	DE 10016307 A1	18-10-2001
			AU 6202301 A	15-10-2001
			CN 1422282 T	04-06-2003
			WO 0174906 A1	11-10-2001
WO 0158960	A	16-08-2001	DE 10005163 A1	16-08-2001
			AU 3915701 A	20-08-2001
			WO 0158960 A1	16-08-2001
JP 3076822	A	02-04-1991	KEINE	
EP 0494851	A	15-07-1992	AT 395862 B	25-03-1993
			AT 3191 A	15-08-1992
			AU 648618 B2	28-04-1994
			AU 8979891 A	16-07-1992
			BG 60110 A3	15-10-1993
			BR 9200035 A	08-09-1992
			CA 2059042 A1	10-07-1992
			CS 9200045 A3	12-08-1992
			DE 59208903 D1	23-10-1997
			EP 0494851 A2	15-07-1992
			ES 2109333 T3	16-01-1998
			FI 920071 A	10-07-1992
			GR 3025632 T3	31-03-1998
			HU 64111 A2	29-11-1993
			IE 920053 A1	15-07-1992
			JP 3072442 B2	31-07-2000
			JP 4308219 A	30-10-1992
			KR 210294 B1	15-07-1999
			MA 22373 A1	01-07-1992
			MX 9200098 A1	31-07-1992
			NO 920105 A	10-07-1992
			PL 293116 A1	02-11-1992
			PT 99990 A	28-02-1994
			RO 107703 B1	30-12-1993
			SI 9111976 A	31-12-1994
			SK 280035 B6	12-07-1999
			RU 2061115 C1	27-05-1996
			TR 25874 A	01-09-1993
			ZA 9110159 A	30-09-1992
			ZW 192 A1	01-04-1992

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ ~~FADED TEXT OR DRAWING~~
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ ~~LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT~~
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**